

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-200244

(43)Date of publication of application : 24.07.2001

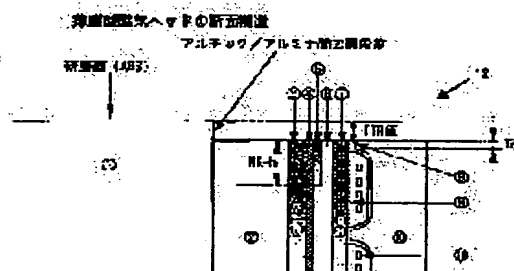
(51)Int.Cl. C09K 3/14
B24B 57/02(21)Application number : 2000-008715 (71)Applicant : TOKYO MAGNETIC PRINTING CO
LTD
TDK CORP(22)Date of filing : 18.01.2000 (72)Inventor : ORII KAZUYA
SAITO ISAO
FUJITA YASUTOSHI
SAKURADA TOSHIMICHI
YAMAGUCHI MASAO

(54) LAPPING OIL COMPOSITION FOR FINISH POLISHING

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a lapping oil composition for finish polishing which does not cause the difference in level between a ceramic and a metal or between different ceramics, e.g. in a magnetic head.

SOLUTION: This lapping oil composition contains a nonaqueous solvent and at least either an acetylene glycol compound represented by formula I: $R_1C(R_2)(O(C_nH_{2n+1}O)_mH)C \equiv C-C((O(C_nH_{2n+1}O)_mH)(R_3)R_4$, wherein R_1 to R_4 are each an alkyl or an alkaryl; n is 2-4; and m is 0-6) or a phosphoric ester compound represented by formula II: $[R-O-(C_nH_{2n+1}O)_m]_x(OM)_3-xP=O$ wherein R is an 8-18C alkyl, alkenyl, or the like; n is 2-4; m is 0-4; x is 1-2; and M is H, Na, K, Ba, an amine such as NH_4 , or an alkanolamine such as $NH(C_2H_4OH)_3$, preferably both of the compounds. Using the composition enables finish polishing with a lower PTR value and a higher surface quality than after the pretreatment step to be accomplished.



①ヘッド (Al₂O₃-TiO₂)
②研磨油 (Al₂O₃)
③下部シール層 (Fe₂O₃, Fe₃O₄)
④研磨油 (Al₂O₃)
⑤研磨油 (Al₂O₃)
⑥上部シール層 (Fe₂O₃)
⑦研磨油 (Al₂O₃)
⑧研磨油 (Al₂O₃)
⑨研磨油 (Al₂O₃)
⑩研磨油 (Al₂O₃)

$R_1C(R_2)(O(C_nH_{2n+1}O)_mH)C \equiv C-C((O(C_nH_{2n+1}O)_mH)(R_3)R_4$
(I)

$[R-O-(C_nH_{2n+1}O)_m]_x(OM)_3-xP=O$
(II)

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-200244

(P2001-200244A)

(43) 公開日 平成13年7月24日 (2001.7.24)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード (参考)
C 0 9 K 3/14	5 5 0	C 0 9 K 3/14	5 5 0 M 3 C 0 4 7
B 2 4 B 57/02		B 2 4 B 57/02	

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願2000-8715(P2000-8715)

(22) 出願日 平成12年1月18日 (2000.1.18)

(71) 出願人 390027443

東京磁気印刷株式会社

東京都台東区台東1丁目5番1号

(71) 出願人 000003067

ティーディーケー株式会社

東京都中央区日本橋1丁目13番1号

(72) 発明者 折井 一也

東京都台東区台東1丁目5番1号東京磁気印刷株式会社内

(74) 代理人 100067817

弁理士 倉内 基弘 (外1名)

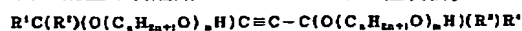
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 仕上げ研磨用ラッピングオイル組成物

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 磁気ヘッド等のセラミック・金属間、異種セラミック・セラミック間に段差を生じさせない仕上げ研磨用ラッピングオイル組成物を提供する。

【解決手段】 非水系溶媒と、式 (I) で表されるアセチレングリコール化合物及び式 (II) で表されるリン酸エステル化合物の少なくとも一種好ましくは両者と、を含む仕上げ研磨用ラッピングオイル組成物。



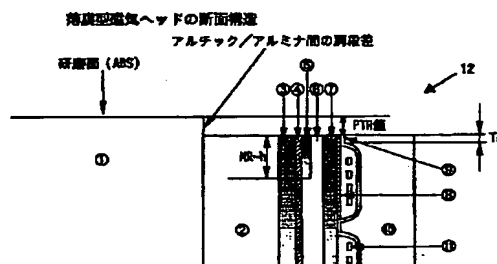
(I)

(R¹~R⁴はアルキル基、アルキルアリール基、n=2~4、m=0~6)



(Rは炭素数8~18であるアルキル基、アルケニル基等、n=2~4、m=0~4、x=1~2、MはH、Na、K、Ba、NH₄などのアミン類、NH(C₂H₅O)₂などのアルカノールアミン類)

【効果】 上記組成物を用いて仕上げ研磨することにより、前処理工程後よりも低PTR値および高面品質に加工することが出来る。



- ①基材 (Al₂O₃-TiCなど)
- ②絶縁膜 (Al₂O₃など)
- ③下部シールド膜 (FeAlSi、FeNiなど)
- ④絶縁膜 (Al₂O₃など)
- ⑤MR素子
- ⑥絶縁膜 (Al₂O₃など)
- ⑦上部シールド膜 (FeNiなど)
- ⑧絶縁膜 (Al₂O₃など)
- ⑨書き込み磁膜 (FeNiなど)
- ⑩保護膜 (Al₂O₃など)
- ⑪コイル (Cu)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 非水系溶媒と、アセチレングリコール化合物またはそれとリン酸エステル化合物と、を含む仕上げ研磨用ラッピングオイル組成物。

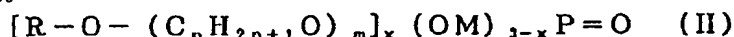
*



(I)

(R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 はアルキル基、アルキルアリール基、 $n=2\sim 4$ 、 $m=0\sim 6$)で表されるアセチレングリコール化合物である請求項1に記載の仕上げ研磨用ラッピングオイル組成物。

※



(R は炭素数8～18であるアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アリール基、アルキルアリール基、 $n=2\sim 4$ 、 $m=0\sim 4$ 、 $x=1\sim 2$ 、 M はH、Na、K、Ba若しくは NH_4 などのアミン類、 $NH(C_2H_5OH)_2$ などのアルカノールアミン類)で表されるリン酸エステル化合物である請求項1または2に記載の仕上げ研磨用ラッピングオイル組成物。

【請求項4】 仕上げ研磨用ラッピングオイル中に存在するアセチレングリコール化合物とリン酸エステル化合物の総和が0.1～20.0wt%の範囲である請求項1～3のいずれか一項に記載の仕上げ研磨用ラッピングオイル組成物。

【請求項5】 前記リン酸エステル化合物とアセチレングリコール化合物の重量比率が1.0:4.0～1.0:50.0の範囲である請求項4に記載の仕上げ研磨用ラッピングオイル組成物。

【請求項6】 異硬度材料で構成される複合材料の仕上げ研磨加工するためのラッピングオイル組成物である請求項1～5のいずれか一項に記載の仕上げ研磨用ラッピングオイル組成物。

【請求項7】 薄膜型磁気ヘッドの仕上げ研磨加工するためのラッピングオイル組成物である請求項1～6のいずれか一項に記載の仕上げ研磨用ラッピングオイル組成物。

【請求項8】 薄膜型磁気ヘッドのエアベアリング面となる面の研磨加工を行う工程を含む薄膜型磁気ヘッドの製造方法であって、前記研磨加工が請求項1～7のいずれか一項に記載の仕上げ研磨用ラッピングオイル組成物を用いる薄膜型磁気ヘッドの仕上げ研磨方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、高研磨面品質に材料を加工する仕上げ研磨工程で使用するのに適した仕上げ研磨用ラッピングオイル組成物である。特に、硬度の異なる複数の異硬度材料から構成される複合材料のラッピングおよびポリッシング加工で発生する軟質材料と硬質材料の研磨量差、即ち選択研磨を生じることなく均一に且つ、高研磨面品質に加工する仕上げ研磨工程で使用

*【請求項2】 前記アセチレングリコール化合物が構造式(I)

【化1】

※【請求項3】 前記リン酸エステル化合物が構造式(I)

【化2】

するのに適した仕上げ研磨用ラッピングオイル組成物に関するものである。更に本発明は、薄膜型磁気ヘッドの遊離砥粒スラリーによるエアベアリング面となる面の研磨加工後に実施される砥粒を含まないラップ液による仕上げ研磨工程において、異種材料間における研磨量の差、即ち選択研磨を生じることなく均一に且つ、高研磨面品質に加工するのに適した仕上げ研磨用ラッピングオイル組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、光学部品、電子部品や精密機械部品などに対して、益々高性能化、高機能化が要求されてきており、使用される材料も金属結晶材料、セラミックス、ガラス、プラスチックと非常に多岐にわたっている。このような部品の製造工程の一つとして、硬度の異なる複数の材料から構成される複合材料の研磨が増加してきている。複合材料の研磨加工の一例として、電子部品に関してはハードディスク基板のNi-Pメッキ層のテクスチャリング加工やLSIの多層配線工程における配線金属と層間絶縁膜との均一加工、光学部品ではフェルルと呼ばれるジルコニア系セラミックスとファイバー部のコアと呼ばれる石英ガラス、グラッドと呼ばれるフッ素系樹脂との複合材料である光ファイバーコネクタ端面研磨などが挙げられる。

【0003】コンピュータの記録媒体であるハードディスクドライブは年々その記録密度の向上が図られている。高記録密度を達成する手段の一つとして、ハードディスクと磁気ヘッドの浮上隙間を狭め、ディスクとヘッド間のスペーシングを低減させる、つまりヘッドの低浮上化が試みられている。ハードディスクドライブに搭載されている磁気ヘッドは、薄膜型磁気ヘッドが主流であり、インダクティブ型、記録再生素子にMR(Magnet Resistance: 磁気抵抗素子)を用いたMR-インダクティブ複合型、さらにはGMR(Giant MR: 巨大磁気抵抗素子)を用いたものなどがある。これら薄膜型磁気ヘッドは、アルチック(Al_2O_3 -TiC)などの基材と、アルミナ(Al_2O_3)などの保護/絶縁膜なるセラミックスおよびバーマロイ(Fe-Ni)、センダスト(Fe-Al-Si)などの磁性

材料である金属膜等による複合材料で構成されている。例えば、図1、図2に例示した薄膜型磁気ヘッド12は、アルチック基体1、アルミナ絶縁膜2、下部シールド膜3（センダスト：FeAlSi、バーマロイ：FeNi等）、アルミナ膜4、MR素子5、アルミナ膜6、上部シールド膜7（バーマロイ等）、アルミナ膜8、書き込みヘッド9（バーマロイ等）、アルミナ保護膜10、およびコイル導体11より構成されている。

【0004】従来の遊離砥粒スラリーを用いて薄膜型磁気ヘッドのABS（Air Bearing Surface：ABS（空気浮上面））の研磨加工を行う場合、材料間の硬度の違いにより、軟質材料であるバーマロイやセンダストなどの金属膜が選択的に加工され、段差や面荒れが発生するものがほとんどであった。そのため、セラミックスからなるABSより磁極部などの金属膜を後退させることになり、図2のポールチップリセッション（Pole Tip Recession：PTR）が大きくなり、記録媒体との磁気間隔が増大し、その結果実質的なヘッドの浮上量を増加させてしまうと言った問題点があった。

【0005】そこで、この様な選択研磨やダメージを回避するために、遊離砥粒スラリーによるABS研磨を実施した後に砥粒を含まないラップ液により仕上げ研磨を実施することが例えば、特開平3-92264や特開平9-245333などによって提案されている。これらの発明の効果は大きく、砥粒を含まないラップ液による研磨加工を実施することにより、遊離砥粒スラリーによる研磨で発生した選択研磨や面荒れから回復することができる。

【0006】また、遊離砥粒スラリー自体に選択研磨を防止する能力を付与させた発明も考案されている。それらは例えば、特願平10-113327では、分子量が300～20,000のプロピレンオキシドおよび任意にエチレンオキシドの付加反応によって得られた水酸基の官能基数が1～6であるポリエーテルを選択研磨防止剤として遊離砥粒スラリーに添加することによって、薄膜型磁気ヘッドのABSのラッピング加工により生じる選択研磨の回避と研磨面状態の向上を図っている。また、特願平10-255022では選択研磨防止剤として、含硫黄有機モリブデン化合物を用いている。これらは、研磨加工時に発生する摩擦熱によって分解し、金属*

*表面と反応することなく皮膜を形成し、その層間が分子間力の弱いファンデルワールス力で結合している二硫化モリブデン（MoS₂）を主体とする層状構造を形成し、接触面での摩擦は二硫化モリブデン内部の層間の摩擦に置き換えられ低摩擦となるために、異硬度材料間の研磨量差をなくし、軟質材料の選択研磨を有効に防止させている。

【0007】しかしながら、現在は益々ヘッドの低浮上化が要求されつつあり、研磨面状態を向上しつつ、PTR値を更に低下させなければならず、金属膜の選択研磨を防止すると同時に、遊離砥粒スラリーを用いた研磨加工において基材であるアルチックと絶縁膜であるアルミナとの境界部分に発生する肩段差と呼ばれる段差を小さくしなければならないと言った問題点があり、従来考案されているこれらの方法では更なるPTR値の低減や研磨面品位の向上は困難になってきた。

【0008】

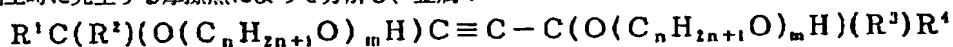
【発明が解決しようとする課題】本発明は、高研磨面品質に材料を加工する仕上げ研磨工程で使用するのに適した仕上げ研磨用ラッピングオイル組成物である。特に、硬度の異なる複数の異硬度材料から構成される複合材料のラッピングおよびポリッシング加工で発生する軟質材料と硬質材料の研磨量差、即ち選択研磨を生じることなく均一に且つ、高研磨面品質に加工する仕上げ研磨工程で使用するのに適した仕上げ研磨用ラッピングオイル組成物に関するものである。更に本発明は、薄膜型磁気ヘッドの遊離砥粒スラリーによるエアベアリング面となる面の研磨加工後に実施される砥粒を含まないラップ液による仕上げ研磨工程において、異種材料間における研磨量の差、即ち選択研磨を生じることなく均一に且つ、高研磨面品質に加工するのに適した仕上げ研磨用ラッピングオイル組成物に関するものである。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明は、非極性溶媒と、およびアセチレングリコール化合物またはそれとリン酸エステル化合物とを含む仕上げ研磨用ラッピングオイル組成物である。

【0010】また本発明は、前記アセチレングリコール化合物が構造式（I）

【化3】

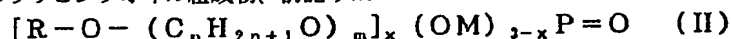


（I）

（R¹、R²、R³、R⁴はアルキル基、アルキルアリール基、n=2～4、m=0～6）で表されるアセチレングリコールである上記のラッピングオイル組成物、前記※

※ン酸エステル化合物が構造式（II）

【化4】



（Rは炭素数8～18であるアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アリール基、n=2～4、m=0～

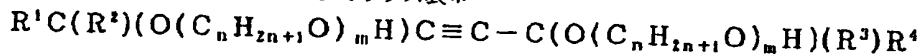
4、x=1～2、MはH、Na、K、Ba、NH₄若しくはNH（C₂H₄OH）₂）で表されるリン酸エステル

化合物である仕上げ研磨用ラッピングオイル組成物であり、薄膜型磁気ヘッドを遊離砥粒スラリーによって研磨加工した後に実施する砥粒を含まないラップ液による仕上げ研磨を行う工程で用いられる仕上げ研磨用ラッピングオイル組成物であり、低PTR値と高研磨面品質を達成することを特徴とする。

【0011】本発明に用いるアセチレングリコール化合物の構造の中心にある炭素-炭素三重結合(C≡C)と、それに隣接する水酸基あるいはアルコキシ基の組合せによりπ電子密度を非常に高めるため、アセチレングリコール分子の中央部において強い極性を有している。このため、仕上げ研磨中には、アセチレングリコール化合物の三重結合π電子および極性基である末端水酸基が磁気ヘッドの金属膜に対して配向することより、選択的に吸着して保護膜を形成し、金属膜表面に発生するスクラッチを防止している。

【0012】パーマロイなどの金属は酸-塩基の分類では、やわらかい酸(Soft acid)であり、吸着現象は一種の酸-塩基相互作用であるために、一般的原理として、似た者同士が反応し易いことが知られている。この原理から、金属(Soft acid)に対して吸着能力が高いのは、やわらかい塩基(Soft Base)であることから、π電子を有するアセチレングリコール化合物が選択的に金属表面に吸着していると考えられる。

【0013】一方、アルチックやアルミナなどのセラミックスの研磨によって生成した新生面は、不均質であり、強さの異なる活性点が生成されることが知られている(森誠之;トライボロジスト、36-2(1991)130-134)。リン酸エステル化合物は、その酸性度の強さから金属新生面に吸着するより、セラミックス新生面に生成した活性点に対して強く吸着し、皮膜を形成するためにアルチックとアルミナ間の段差を小さくする作用があると考えられる。つまり、金属酸化物などのセラミックス表面における原子間のイオン結合性の割合が大きく、結晶表面は金属イオンなどの陽イオンより半径が大きい分極した酸素原子で被われているため、イオン性である酸性リン酸エステル化合物がセラミックス表



(R¹、R²、R³、R⁴はアルキル基、アルキルアリール基、n=2~4、m=0~6)で表されるアセチレングリコール化合物であり、その具体例としては、2,5-ジメチル-3-ヘキシ-2,5-ジオール、2,5-ジメチル-3-ヘキシ-2,5-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル、3,6-ジメチル-4-オクチン-3,6-ジオール、3,6-ジメチル-4-オクチン-3,6-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル、4,7-ジメチル-5-デシン-4,7-ジオー

*面に吸着されやすいと予想される。

【0014】本発明のアセチレングリコール化合物、より好ましくはアセチレングリコール化合物およびリン酸エステル化合物を使用したラッピングオイルの場合、まずアセチレングリコール分子中に存在する三重結合のπ電子による配位効果と極性基である末端水酸基の効果により、パーマロイなどから構成される金属膜表面に選択吸着するため、金属膜に対する選択研磨は低くなると考えられる。一方、リン酸エステル化合物は、その酸性度の強さから静電的にセラミックス表面に吸着する。つまり、アセチレングリコール化合物はパーマロイなどから構成される金属膜に、リン酸エステル化合物はアルチック、アルミナで構成されるセラミックス表面にそれぞれ選択吸着することによって、硬度の異なるアルチック/アルミナ/金属膜間の選択研磨を防止し、低PTR値と高研磨面品質を達成する能力に優れていると考えられる。

【0015】

【発明の実施の形態】本発明は、①PTR、面品質向上剤としてのアセチレングリコール化合物、好ましくはさらに②アセチレングリコール化合物とリン酸エステル化合物、③非水系溶媒によって構成されるラッピングオイル組成物であり、低PTR値が要求される薄膜型磁気ヘッドを遊離砥粒スラリーによってABS研磨加工された後に実施するオイルラップ工程で用いるラッピングオイル組成物であり、ABSの研磨加工の際に発生するアルチック/アルミナ/金属膜間の選択研磨の問題を克服し、低PTR値を達成するために本発明者らは、鋭意研究を重ねた結果、PTRおよび面品質向上剤としてアセチレングリコール化合物またはそれとリン酸エステル化合物を含有するラッピングオイル組成物を用いることにより研磨加工で発生する選択研磨を防止し、低PTR値を達成出来ることを見出した。

【0016】本発明に使用する各材料について詳細に説明する。①の本発明に用いられるアセチレングリコール化合物は、式

【化5】

(I)

ル、4,7-ジメチル-5-デシン-4,7-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル、2,3,6,7-テトラメチル-4-オクチン-3,6-ジオール、2,3,6,7-テトラメチル-4-オクチン-3,6-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル、5,8-ジメチル-6-ドデシン-5,8-ジオール、5,8-ジメチル-6-ドデシン-5,8-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル、2,4,7,9-テトラメチル-5-デシン-4,7-ジオール、2,4,7,9-テ

トラメチル-5-デシン-4, 7-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル、2, 2, 3, 6, 7, 7-ヘキサメチル-4-オクチン-3, 7-ジオール、2, 2, 3, 6, 7, 7-ヘキサメチル-4-オクチン-3, 7-ジオール、7-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル、6, 9-ジメチル-7-テトラデシン-6, 9-ジオール、6, 9-ジメチル-7-テトラデシン-6, 9-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル、7, 10-ジメチル-8-ヘキサデシン-7, 10*



(Rは炭素数8~18であるアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アリール基、nは2~4、mは0~6、x=1~2、MはH、Na、K、Ba若しくはNH₄などのアミン類およびNH(C₂H₄OH)、などのアルカノールアミン類で表される酸性リン酸エステル化合物である。その具体例としてはオクチルリン酸、ポリオキシエチレンオクチルエーテルリン酸、ジオクチルリン酸、ビス(ポリオキシエチレンオクチルエーテル)リン酸、2-エチルヘキシルリン酸、ポリオキシエチレン2-エチルヘキシルエーテルリン酸、ジ2-エチルヘキシルリン酸、ビス(ポリオキシエチレン2-エチルヘキシルエーテル)リン酸、ノニルリン酸、ポリオキシエチレンノニルエーテルリン酸、ジノニルリン酸、ビス(ポリオキシエチレンノニルエーテル)リン酸、デシルリン酸、ポリオキシエチレンジシルエーテルリン酸、ジデシルリン酸、ビス(ポリオキシエチレンジシルエーテル)リン酸、ラウリルリン酸、ポリオキシエチレンラウリルエーテルリン酸、ジラウリルリン酸、ビス(ポリオキシエチレンラウリルエーテル)リン酸、トリデシルリン酸、ポリオキシエチレントリデシルエーテルリン酸、ジトリデシルリン酸、ビス(ポリオキシエチレントリデシルエーテル)リン酸、セチルリン酸、ポリオキシエチレンセチルエーテルリン酸、ジセチルリン酸、ビス(ポリオキシエチレンセチルエーテル)リン酸、ステアリルリン酸、ポリオキシエチレンステアリルエーテルリン酸、ジステアリルリン酸、ビス(ポリオキシエチレンステアリルエーテル)リン酸、オレイルリン酸、ポリオキシエチレンオレイルエーテルリン酸、ジオレイルリン酸、ビス(ポリオキシエチレンオレイルエーテル)リン酸、ノニルフェニルリン酸、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸、ジ(ノニルフェニル)リン酸、ビス(ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル)リン酸、(ジノニル)フェニルリン酸、ポリオキシエチレンジノニルフェニルエーテルリン酸、ビス(ジノニルフェニル)リン酸、ビス(ポリオキシエチレンジノニルフェニルエーテル)リン酸、などが挙げられるがこれらに限定されるものではない。

【0018】これらのアセチレングリコール化合物単独、またはアセチレングリコール化合物とリン酸エステル化合物を二種類以上添加した仕上げ研磨用ラッピング

*-ジオール、7, 10-ジメチル-8-ヘキサデシン-7, 10-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル、8, 11-ジメチル-9-オクタデシン-8, 11-ジオール、8, 11-ジメチル-9-オクタデシン-8, 11-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテルなどが挙げられるがこれらに限定されるものではない。

【0017】②の本発明に用いられる酸性リン酸エステル化合物としては、式



オイル組成物は、異硬度材料の研磨加工によって発生する軟質材料の選択研磨を防止し、尚且つ研磨能率(研磨速度)を低下することなく均一にしかも金属/セラミックス間の加工段差を小さくすることが可能である。本発明に用いるこれらのアセチレングリコール化合物およびリン酸エステル化合物は、沸点が80℃以上、好ましくは沸点が100℃以上である。これは、蒸発速度の速い添加剤は研磨作業中に蒸発してしまい、安定な研磨加工を困難にするからである。

20 【0019】また、本発明に用いるこれらのアセチレングリコール化合物およびリン酸エステル化合物の添加濃度は、仕上げ研磨用ラッピングオイル組成物に対してアセチレングリコール化合物とリン酸エステル化合物の総和が0.5~20.0wt%の範囲であり、好ましくは1.0wt%以上、更に好ましくは2.0~10.0wt%である。これらの添加剤の添加量は少なすぎると研磨面上における吸着保護膜の形成が不十分となり、選択研磨が生じる恐れがある。また、過剰に添加した場合における効果の更なる向上は見られない。

30 【0020】本発明に用いる③溶媒は、薄膜型磁気ヘッドの構成材料であるバーマロイおよびセンダストなどの金属膜が一般的に水に対して弱く腐食や錆を発生するので溶媒として非極性溶媒を用いることが望ましい。ここで、溶媒の極性とは普通に使われる意味で溶媒分子内の原子とその結合の種類、原子団および原子配列とその位置などによって分子内に生じる双極子に基づく性質である。この極性の大きさは相互作用する分子の極性によって相対的に決まるものである。溶媒の極性は、定性的にHildebrandの溶解性パラメーター(sp値)δ値で表される。このδ値が大きい程極性が大きく、小さいもの程極性は小さい。このδ値は、更に極性による配向および水素結合などの分子間相互作用によっていくつか分けられるが、これらの値は、その溶媒がどのような化合物をよく溶かすかという、化合物に対する溶解の選択性を決定するものである。本発明の仕上げ研磨用ラッピングオイルの有機溶媒は、このδ値が低いものが望ましい。これは、極性成分が増加することにより溶媒の臭気が問題になったり、溶媒自体が人体や被研磨物に対して悪影響を与えるからである。

50 【0021】更に本発明では、研磨加工中のラッピング

オイルの蒸発を無くし、安定な研磨加工を行うために溶媒の蒸発速度が遅い溶媒が適している。これは、蒸発速度の速い溶媒は研磨作業中に溶媒が蒸発してしまい、安定な研磨加工が困難になるからである。これらのことから、本発明に用いる溶媒は、沸点が100℃以上、より好ましくは120℃以上であり、溶解性パラメーター s_p 値が10.0以下、好ましくは8.0以下、相対速度が5.0以下、より好ましくは2.0以下のものが適している。これらの溶媒としては例えば、エクソン化学(株)製無臭イソパラフィン系溶媒：アイソパーシリーズや低臭ナフテン系溶媒：EXXSOLシリーズ、モービル化学製n-パラフィン系溶媒：ホワイトレックスシリーズおよび工業用脂肪族系溶媒であるベガソール、ベガホワイト、サートレックスなどがある。

【0022】本発明の仕上げ研磨用ラッピングオイル組成物を用いて研磨加工される事例としては、光ファイバーコネクタ、半導体素子、VTRヘッド、フロッピーヘッドなどのような硬度と表面性質の異なる異種複合材料について何でも適用出来るが、一例として次に薄膜型磁気ヘッド加工への応用例について述べる。

浮上型磁気ヘッドは一般的に以下のような工程で製造されている：浮上型磁気ヘッドは一般的に以下のような工程で製造されている：

1. バーの切り出し

このバー12は図1(a)に示すように多数の磁気変換素子16がマトリックス状に形成されたウエハ1を切断したものであり(図1(b))、複数のスライダが列状に配列されている。

2. バーを加工治具に接着

図3のようにバー12を加工治具13に接着固定する。

3. バーのラッピング処理

図4に示すように錫等を主材料とした研磨定盤14の上に被研磨物(加工治具13に保持されたバー12)を保持して定盤14を回転させ、所定の加圧Pを行いながら、供給ノズル15から遊離砥粒スラリー等を供給し、スライダの空気浮揚面(ABS)の研磨加工を行う。その後砥粒を含まないラップ液による仕上げ研磨工程を行う。

4. 加工治具からバーを剥離

加工治具13からバー12を剥離する。

5. レールエッチング工程

レールエッチング処理にかける。

6. バーをスライダに切断分離

バー12をスライダに切断分離する。

【0023】この工程の中で、本発明は3. バーのラッピング処理における研磨に関する。スライダのABSの一般的な研磨加工は、遊離砥粒スラリーを用いて、スロートハイトおよびMRハイトを管理しながら行われている。ここで言うスロートハイト(Throat Height: TH)とは、薄膜型磁気ヘッドの記録書き込み特性を決定する因子の一つであり、このスロートハイトは、図2のTHで表す様に、ABSから薄膜コイルを電気的に分離する絶縁層の端部までの磁極部分の距離のことである。

【0024】また、薄膜型磁気ヘッドのうち、磁気抵抗再生素子を備えたものをMR-インダクティブ複合ヘッドと言い、このMR-インダクティブ複合ヘッドにおいて記録再生特性を決定する一つの因子として、磁気抵抗再生素子の高さがあり、これをMRハイト(MR-Height: MR-h)と呼んでいる。このMRハイトは、図2のMR-hで示す様に端面がABSに露出する磁気抵抗再生素子のABSから測った距離のことである。

【0025】

【実施例】実施例1

アセチレングリコール化合物またはリン酸エステル化合物を含有するラッピングオイル組成物の研磨特性

本実施例では、アルチック(2500)、センダスト(500)およびバーマロイ(200)によって構成される薄膜型磁気ヘッドを遊離砥粒スラリーによる研磨加工後に砥粒を含まないラッピングオイルによる仕上げ研磨加工する際の選択研磨防止効果について検討した(括弧内の数値はピッカース硬度を示す)。また、遊離砥粒スラリーによる研磨加工後の研磨特性および遊離砥粒スラリーによる研磨加工後アセチレングリコール化合物およびリン酸エステル化合物を含有しない無添加系ラッピングオイルの研磨特性を比較例とした。本実施例に用いた遊離砥粒スラリーは、油性の1/8 μ mダイヤモンドスラリーである。また、ラッピングオイルの組成は、溶媒、PTRおよび面品質向上剤である。非水系溶媒として非極性溶媒であるアイソパーMを用いた。表1に本実施例にラッピングオイルの組成を示す。

【0026】

【表1】

表 1

原 材 料	重 量 比 (重量%)
PTRおよび面品質向上剤	5.0
溶媒(アイソパーM)	95.0
合 計	100.0

【0027】研磨実験には、日本エンギス（株）製自動精密ラッピングマシンHYPREZEJ-3801N型、ラップ盤に錫／鉛定盤を用いた。遊離研磨スラリーによる粗研磨の後、ラッピングオイルによる仕上げ研磨条件は、定盤回転速度を5rpm、オイル研磨液供給量を30秒間隔に3秒間噴霧、加工荷重を1300g/cm²、加工時間10分間とした。研磨特性の評価は研磨加工後の薄膜磁気型ヘッドのアルチック／金属膜間に発生する段差、つまりボールチップリセッション値（PTR値）を走査型プローブ顕微鏡（AFM）により求めた。ここで、薄膜型磁気ヘッドのPTR値は3.0nm以下で良好とした。スクラッチおよび面荒れの評価はAFMおよび微分干渉光学顕微鏡を用いた。

【0028】本実施例の実験結果から、アセチレングリコール化合物またはリン酸エステル化合物を含有するラッピングオイル組成物を用いてオイル研磨した薄膜型磁気ヘッドのPTR値は、いずれも比較例である遊離砥粒スラリーによる研磨加工後のPTR値および遊離砥粒ス*

10* ラリーによる研磨加工後にアセチレングリコール化合物およびリン酸エステル化合物を含有しない無添加系ラッピングオイルを用いたときのPTR値よりも低くなり、硬度の異なる複合材料から構成される薄膜型磁気ヘッドをより均一に研磨出来た。更に、PTR値はポリオキシエチレンラウリルエーテルリン酸、ポリオキシエチレンオレイルエーテルリン酸、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸の3種が特に良好であった。

【0029】研磨面に関しては、アセチレングリコール化合物を含有するラッピングオイルを用いた場合には、遊離砥粒スラリーによる研磨加工後および無添加系ラッピングオイルを用いた場合よりも良好であった。なお、単独添加時における濃度の影響については、5wt%以上においては効果に差は見られなかった。本実施例および比較例の結果を表2に示す。

【0030】

【表2】

表 2

実施例No	物 質 名	PTR(nm)	研 磨 面
1	3,6-ジメチル-4-オクテン-3,6-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル(4EO)	2.88	非常に良好
2	2,4,7,9-テトラメチル-5-デシン-4,7-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル(4EO)	2.76	"
3	ラウリルリン酸	2.67	やや傷あり
4	オレイルリン酸	2.55	"
5	ポリオキシエチレンラウリルエーテルリン酸(4EO)	2.47	"
6	ポリオキシエチレンオレイルエーテルリン酸(4EO)	2.44	"
7	ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸(4EO)	2.42	"
比較例-1	オイルラッピングなし	3.50	やや傷あり
比較例-2	無添加ラッピングオイル	3.47	やや良好

【0031】実施例2
アセチレングリコール化合物およびリン酸エステル化合物複合効果

本実施例では、アルチック（2500）、センダスト（500）およびパーマロイ（200）によって構成される薄膜型磁気ヘッドを遊離砥粒スラリーによる研磨加

工後に砥粒を含まないラッピングオイルによる仕上げ研磨加工する際のアセチレングリコール化合物およびリン酸エステル化合物を複合添加した場合の選択研磨防止効果について検討した（括弧内の数値はピッカース硬度を示す）。また、遊離砥粒スラリーによる研磨加工後の研磨特性および遊離砥粒スラリーによる研磨加工後アセチレングリコール化合物およびリン酸エステル化合物を含有しない無添加系ラッピングオイルの研磨特性、さらに他の添加剤を含有したラッピングオイルの研磨特性を比較例とした。

【0032】本実施例および比較例に用いたラッピングオイルの組成は、PTRおよび面品質向上剤の添加量を5wt%に固定し、アセチレングリコール化合物およびリン酸エステル化合物のそれぞれの添加重量比を変化した以外は本実施例1と同じである。本実施例の研磨実験および研磨特性の評価は本実施例1と同じである。本実施例の実験結果から、アセチレングリコール化合物およびリン酸エステル化合物を複合したラッピングオイルを

用いて仕上げ研磨した薄膜型磁気ヘッドのPTR値はいずれも比較例である遊離砥粒スラリーによる研磨加工後のPTR値および遊離砥粒スラリーによる研磨加工後にアセチレングリコール化合物およびリン酸エステル化合物を含有しない無添加系ラッピングオイルを用いたときのPTR値よりも低くなり、硬度の異なる複合材料から構成される薄膜型磁気ヘッドをより均一に研磨出来た。

【0033】研磨面に関してはアセチレングリコール化合物とリン酸エステル化合物の添加重量比が5.0:

- 10 1.0~50.0:1.0の範囲であるラッピングオイルを用いた場合において、遊離砥粒スラリーによる研磨加工後および無添加系ラッピングオイルを用いた場合、さらに他の添加剤を含有するよりもラッピングオイルを用いた場合において良好であった。本実施例および比較例の結果を表3に示す。

【0034】

【表3】

表 3

実施例No	物質名	PTR(nm)	研磨面
7	ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸(4EO)	2.42	傷あり
8	2,4,7,9-テトラメチル-5-デシン-4,7-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル(4EO)1.0wt% ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸4.0wt%	2.42	やや傷あり
9	2,4,7,9-テトラメチル-5-デシン-4,7-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル(4EO)2.5wt% ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸2.5wt%	2.45	やや良好
10	2,4,7,9-テトラメチル-5-デシン-4,7-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル(4EO)4.0wt% ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸1.0wt%	2.46	良好
11	2,4,7,9-テトラメチル-5-デシン-4,7-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル(4EO)4.5wt% ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸0.5wt%	2.50	非常に良好
2	2,4,7,9-テトラメチル-5-デシン-4,7-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル(4EO)5.0wt%	2.76	非常に良好
12	2,4,7,9-テトラメチル-5-デシン-4,7-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル(4EO)4.5wt% ポリオキシエチレンオレイルエーテルリン酸(4EO)0.25wt% ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸(4EO)0.25wt%	2.45	非常に良好

【表4】

表 3 (続き)

実施例No	物質名	PTR(nm)	研磨面
13	3, 6-ジメチル-4-オクチン-3, 6-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル(4EO) 2. 25wt%	2. 44	非常に良好
	2, 4, 7, 9-テトラメチル-5-デシン-4, 7-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル(4EO) 2. 25wt%		
	ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸(4EO) 0. 5wt%		
比較例-1	オイルラッピングなし	3. 50	やや傷あり
比較例-2	無添加ラッピングオイル	3. 47	やや良好
比較例-3	2, 4, 7, 9-テトラメチル-5-デシン-4, 7-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル(4EO) 4. 5wt%	3. 42	良好
	オレイルアミン 0. 5wt%		
比較例-4	2, 4, 7, 9-テトラメチル-5-デシン-4, 7-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル(4EO) 4. 5wt%	3. 62	良好
	オレイン酸 0. 5wt%		
比較例-5	オレイン酸	3. 41	やや傷あり
	ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸(4EO) 0. 5wt%		

【0035】実施例3

アセチレングリコール化合物およびリン酸エステル化合物添加量効果

本実施例では、アルチック(2500)、センダスト(500)およびパーマロイ(200)によって構成される薄膜型磁気ヘッドを遊離砥粒スラリーによる研磨加工後に砥粒を含まないラッピングオイルによる仕上げ研磨加工する際のアセチレングリコール化合物およびリン酸エステル化合物を複合添加した場合の添加量とその効果について検討した(括弧内の数値はビッカース硬度を示す)。アセチレングリコール化合物およびリン酸エステル化合物の添加重量比を4. 5: 0. 5に固定し、PTRおよび面品質向上剤の総添加濃度を0~50wt%まで変化したときのPTR値および研磨面について評価した。

【0036】本実施例の研磨実験および研磨特性の評価は本実施例1と同じである。本実施例に用いたアセチレ

ングリコール化合物は2, 4, 7, 9-テトラメチル-5-デシン-4, 7-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル(4EO)、リン酸エステル化合物はポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸(4EO)である。本実施例の実験結果から、PTRおよび面品質向上剤の総添加濃度が0. 5wt%以上でPTR値が小さくなり、複合材料である薄膜型磁気ヘッドの選択研磨を防止する効果が発現し、更に1. 0wt%以上、より好ましくは2. 0~10. 0wt%の範囲において最もスクラッチや面荒れがなく特に良好であった。20. 0wt%以上の範囲においても効果の更なる向上は見られなかった。無添加の比較例と比べて研磨面状態は良好であった。本実施例および比較例の結果を表4および図5に示す。

【0037】

【表5】

表 4

実施例No	PTRおよび面品質向上剤 総添加量 (wt%)	PTR(nm)	研 磨 面
14	0.1	3.21	良好
15	0.3	2.68	"
16	0.5	2.55	"
17	1.0	2.51	非常に良好
18	3.0	2.52	"
11	5.0	2.50	"
19	10.0	2.46	"
20	20.0	2.43	良好
21	30.0	2.44	"
22	50.0	2.44	"
比較例-1	オイルラッピングなし	3.50	やや傷あり
比較例-2	無添加ラッピングオイル	3.47	やや良好

【0038】これらの実施例の結果から、遊離砥粒スラリーによる研磨加工後にアセチレングリコール化合物およびリン酸エステル化合物をそれぞれ単独ずつまたは、それぞれの成分を二種類以上添加した仕上げ研磨用ラッピングオイルを用いて研磨することにより、硬度の異なる複合材料を材料間の硬度差によって発生する軟質材料の選択研磨を防止した均一な研磨加工が可能になった。

【0039】

【発明の効果】本発明の仕上げ研磨用ラッピングオイルは前処理工程の研磨で用いられる遊離砥粒スラリーの種類に関係なく用いることが可能であり、また本発明の仕上げ研磨ラッピングオイルを用いて仕上げ研磨工程を実施することにより、前処理工程後よりも低PTR値および高面品質に加工することが出来る。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1(a)は切り出し前のウエハを示す。
図1(b)はウエハより切り出した薄膜型磁気ヘッドの構造を示す。

【図2】薄膜型磁気ヘッドの断面構造を示す。

【図3】切り出したバーの加工用具への取付を示す斜視図である。

【図4】遊離砥粒スラリーを用いるラッピング加工工程と、その後の本発明の研磨ラッピングオイルを使用する仕上げ研磨工程に使用する装置の概略図である。

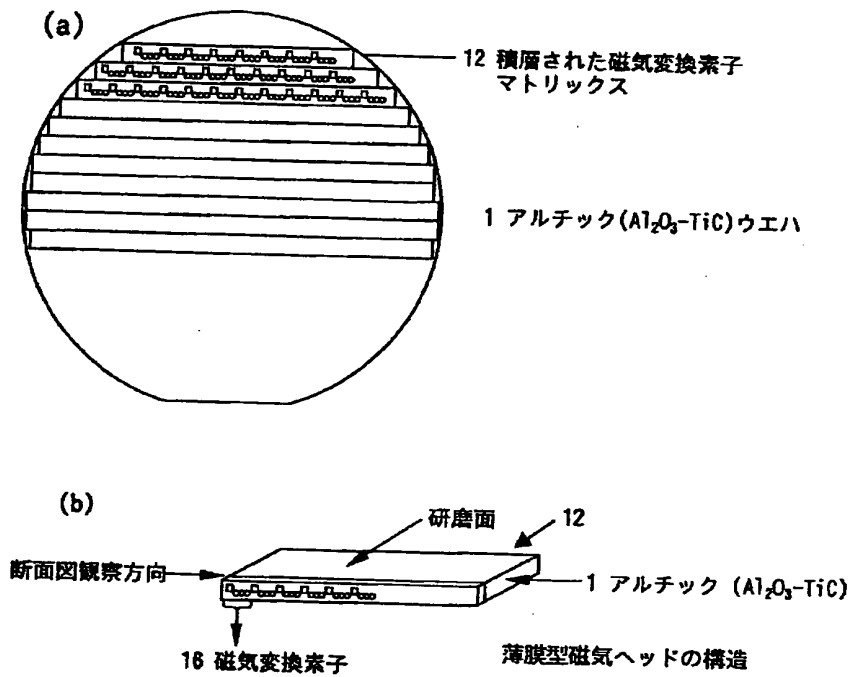
【図5】PTR（ボールチップリセクション）値と本発明のラッピングオイル中のPTR及び面品質向上剤の総添加量の関係を示すグラフである。

【符号の説明】

- 1 アルチック基体
- 2 アルミナ絶縁膜
- 3 下部シールド膜（センダスト、パーマロイ等）
- 4 アルミナ膜
- 5 アルミナ膜
- 7 上部シールド膜（パーマロイ等）
- 8 アルミナ膜
- 9 書き込み磁極（パーマロイ等）
- 10 アルミナ保護膜
- 11 コイル導体
- 12 薄膜型磁気ヘッド（バー）
- 13 加工治具
- 14 研磨定盤
- 15 供給ノズル

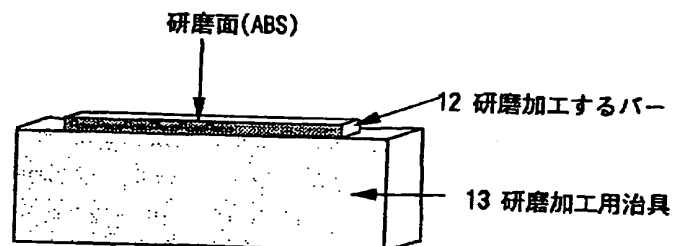
【図1】

ウエハおよび薄膜型磁気ヘッドの構造

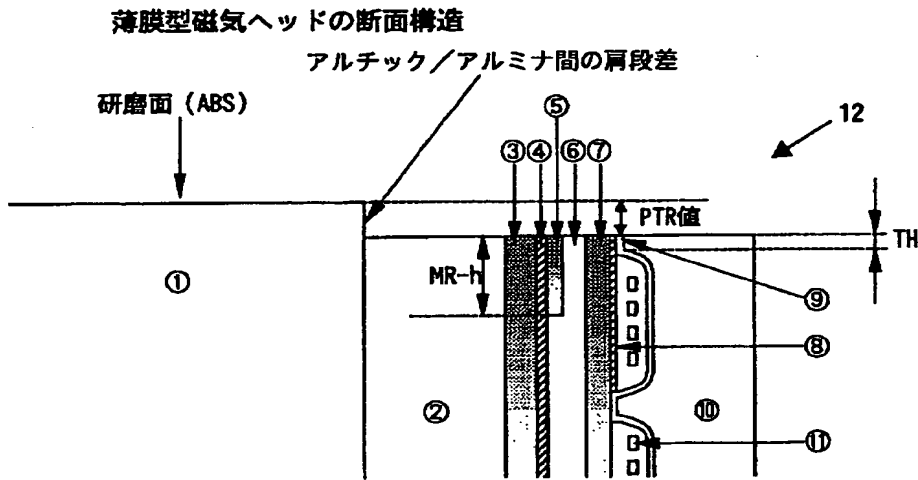


【図3】

切り出したバーの加工用治具への貼り付け

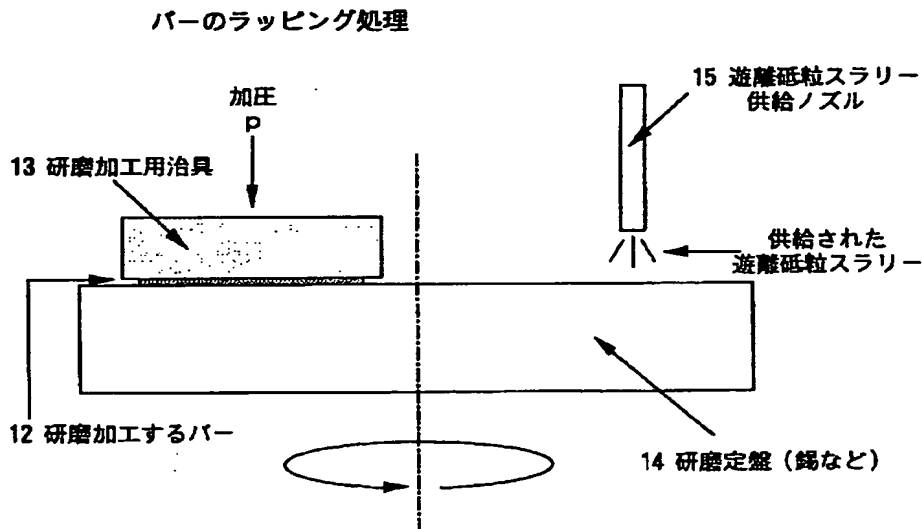


【図2】

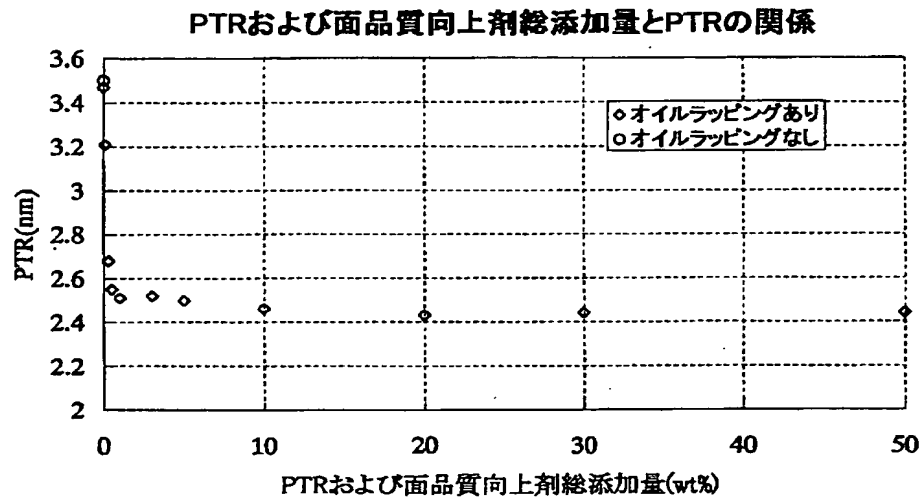


- ①基材 (Al_2O_3 ・TiCなど)
- ②絶縁膜 (Al_2O_3 など)
- ③下部シールド膜 (FeAlSi、FeNiなど)
- ④絶縁膜 (Al_2O_3 など)
- ⑤MR素子
- ⑥絶縁膜 (Al_2O_3 など)
- ⑦上部シールド膜 (FeNiなど)
- ⑧絶縁膜 (Al_2O_3 など)
- ⑨書き込み磁極 (FeNiなど)
- ⑩保護膜 (Al_2O_3 など)
- ⑪コイル (Cu)

【図4】



【図5】



フロントページの続き

(72)発明者 齋藤 軍夫
東京都台東区台東1丁目5番1号東京磁気
印刷株式会社内
(72)発明者 藤田 恭敏
東京都中央区日本橋一丁目13番1号ティー
ディーケー株式会社内

(72)発明者 桜田 俊道
東京都中央区日本橋一丁目13番1号ティー
ディーケー株式会社内
(72)発明者 山口 正雄
東京都中央区日本橋一丁目13番1号ティー
ディーケー株式会社内
Fターム(参考) 3C047 FF08 GG00